

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

F14

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2001-267162

(P 2 0 0 1 - 2 6 7 1 6 2 A)

(43) 公開日 平成13年 9 月28日 (2001. 9. 28)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	テーマコード (参考)
H01F 41/02		H01F 41/02	G 5E040
1/08		1/08	5E062

審査請求 未請求 請求項の数21 O L (全11頁)

(21) 出願番号 特願2000-70666 (P 2000-70666)

(22) 出願日 平成12年 3 月14日 (2000. 3. 14)

(71) 出願人 000002369

セイコーエプソン株式会社

東京都新宿区西新宿 2 丁目 4 番 1 号

(72) 発明者 新井 聖

長野県諏訪市大和 3 丁目 3 番 5 号 セイコ

ーエプソン株式会社内

(74) 代理人 100095728

弁理士 上柳 雅誉 (外 1 名)

F ターム (参考) 5E040 AA04 AA06 BB04 CA01 HB14

5E062 CD05 CE04 CG07

(54) 【発明の名称】 希土類ボンド磁石の製造方法および希土類ボンド磁石

(57) 【要約】

【課題】 耐食性にすぐれ、機械的強度の大きい希土類ボンド磁石を提供すること。

【解決手段】 本発明の希土類ボンド磁石の製造方法は、まず、希土類磁石粉末と、結合樹脂とを所定の比率で混合、混練し、次いで、該混練物に対し、前記結合樹脂が軟化または熔融状態となる温度で温間成形を施し、表面粗さ R a が 1 0 μ m 以下となる表面を持つ磁石成形体を製造し、その後、該磁石成形体の前記表面に直接金属メッキ層を形成することにより希土類ボンド磁石を製造するものである。

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 希土類磁石粉末と、結合樹脂とを混合または混練して希土類ボンド用組成物を製造する工程と、前記希土類ボンド用組成物に対し、前記結合樹脂が軟化または熔融状態となる温度で温間成形を施し、表面粗さ R_a が $10\mu\text{m}$ 以下となる表面を持つ磁石成形体を製造する工程と、前記磁石成形体の前記表面に直接金属メッキ層を形成する工程とを有することを特徴とする希土類ボンド磁石の製造方法。

【請求項 2】 前記温間成形は、圧縮成形である請求項 1 に記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【請求項 3】 前記結合樹脂は、熱可塑性樹脂である請求項 1 または 2 に記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【請求項 4】 前記磁石成形体の空孔率は、 $5\text{vol}\%$ 以下である請求項 1 ないし 3 のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【請求項 5】 前記金属メッキ層は、ニッケルメッキ層である請求項 1 ないし 4 のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【請求項 6】 前記金属メッキ層の厚さは、 $3\sim 70\mu\text{m}$ である請求項 1 ないし 5 のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【請求項 7】 前記金属メッキ層の厚さを $T[\mu\text{m}]$ としたとき、前記表面の表面粗さ $R_a[\mu\text{m}]$ との間で、 $1.2\leq T/R_a\leq 100$ の関係を満足する請求項 1 ないし 6 のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【請求項 8】 前記希土類ボンド磁石用組成物中の前記結合樹脂の含有量は、 $1\sim 10\text{wt}\%$ である請求項 1 ないし 7 のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【請求項 9】 前記希土類磁石粉末の平均粒径は、 $1\sim 150\mu\text{m}$ である請求項 1 ないし 8 のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【請求項 10】 前記希土類磁石粉末は、希土類元素と遷移金属とを含む合金よりなるものである請求項 1 ないし 9 のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【請求項 11】 前記希土類磁石粉末は、ソフト磁性相とハード磁性相とを有する複合組織で構成されるものである請求項 1 ないし 10 のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【請求項 12】 希土類ボンド磁石は、等方性である請求項 1 ないし 11 のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【請求項 13】 希土類ボンド磁石は、異方性である請求項 1 ないし 11 のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【請求項 14】 請求項 1 ないし 13 のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法により製造されたことを

特徴とする希土類ボンド磁石。

【請求項 15】 希土類磁石粉末と、結合樹脂とで構成される磁石成形体の表面に金属メッキ層が直接形成された希土類ボンド磁石であって、前記磁石成形体の空孔率が $5\text{vol}\%$ 以下であり、かつ、

前記磁石成形体の前記表面の表面粗さ R_a が $10\mu\text{m}$ 以下であることを特徴とする希土類ボンド磁石。

【請求項 16】 前記結合樹脂は、熱可塑性樹脂である請求項 15 に記載の希土類ボンド磁石。

【請求項 17】 前記金属メッキ層は、ニッケルメッキ層である請求項 15 または 16 に記載の希土類ボンド磁石。

【請求項 18】 前記磁石成形体中の前記希土類磁石粉末の含有量は、 $90\sim 99\text{wt}\%$ である請求項 14 ないし 17 のいずれかに記載の希土類ボンド磁石。

【請求項 19】 圧縮応力を加えることにより測定される破壊強度が 21MPa 以上である請求項 14 ないし 18 のいずれかに記載の希土類ボンド磁石。

【請求項 20】 室温での固有保磁力 H_c が $320\sim 1600\text{kA/m}$ である請求項 14 ないし 19 のいずれかに記載の希土類ボンド磁石。

【請求項 21】 最大磁気エネルギー積 $(BH)_{\text{max}}$ が 50kJ/m^3 以上である請求項 14 ないし 20 のいずれかに記載の希土類ボンド磁石。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、希土類ボンド磁石の製造方法および希土類ボンド磁石に関するものである。

【0002】

【従来の技術】希土類ボンド磁石は、希土類磁石粉末と結合樹脂（有機バインダー）との混合物（コンパウンド）を所望の磁石形状に加圧成形して製造されるものであるが、その成形方法には、圧縮成形法、射出成形法および押出成形法が利用されている。

【0003】圧縮成形法は、前記コンパウンドをプレス金型中に充填し、これを圧縮成形して成形体を得その後、結合樹脂が熱硬化性樹脂の場合にはこれを加熱硬化させて磁石を製造する方法である。この方法は、他の方法に比べ、少ない結合樹脂量で成形ができるため、得られた磁石の磁粉量を多くすることができ、磁気特性の向上にとって有利である。

【0004】押出成形法は、加熱溶融された前記コンパウンドを押出成形機の金型から押出すとともに冷却固化し、所望の長さに切断して、磁石とする方法である。この方法では、磁石の形状に対する自由度が大きく、薄肉、長尺の磁石をも容易に製造できるという利点があるが、成形時における溶融物の流動性を確保するために、結合樹脂の添加量を圧縮成形法のそれに比べて多くする

必要があり、したがって、得られた磁石中の磁粉量が少なく、磁気特性が低下する傾向がある。

【0005】射出成形法は、前記コンパウンドを加熱溶解し、十分な流動性を持たせた状態で該熔融物を金型内に注入し、所定の磁石形状に成形する方法である。この方法では、磁石の形状に対する自由度は、押出成形法に比べさらに大きく、特に、異形状の磁石をも容易に製造できるという利点がある。しかし、成形時における熔融物の流動性は、前記押出成形法より高いレベルが要求されるので、結合樹脂の添加量は、押出成形法のそれに比べてさらに多くする必要があり、したがって、得られた磁石中の磁粉量が少なく、磁気特性がさらに低下する傾向となる。

【0006】ところで、以上のような各方法のうち、圧縮成形法は、他の方法に比べてより磁気特性の高い磁石を成形することが可能であるが、次のような問題点を有していた。

【0007】すなわち、この従来の圧縮成形法においては、得られる磁石成形体の空孔率は高く、表面粗さも大きくなる傾向を示す。その結果、磁石の耐食性、機械的強度が低下するという欠点を有していた。

【0008】そこで、成形圧力が1000MPa以上という高压成形を行ったり、成形後に金属メッキを施す等の方法が行われてきた。

【0009】しかし、高压成形は、金型や成形機への負担が大きく、それらの大型化が要求され、製造コストの上昇を招く。一方、金属メッキを施す場合、磁石成形体の表面粗さが大きいため、形成される金属メッキ層の厚さ等のバラツキが大きくなり、十分な耐食性、機械的強度の向上を達成するのは困難であった。また、空孔部等にメッキ液が残留し、磁石の腐食を引き起こす等の問題点も有していた。

【0010】

【発明が解決しようとする課題】本発明の目的は、耐食性にすぐれ、機械的強度の大きい希土類ボンド磁石を提供することにある。

【0011】

【課題を解決するための手段】このような目的は、下記(1)～(21)の本発明により達成される。

【0012】(1) 希土類磁石粉末と、結合樹脂とを混合または混練して希土類ボンド用組成物を製造する工程と、前記希土類ボンド用組成物に対し、前記結合樹脂が軟化または熔融状態となる温度で温間成形を施し、表面粗さRaが10μm以下となる表面を持つ磁石成形体を製造する工程と、前記磁石成形体の前記表面に直接金属メッキ層を形成する工程とを有することを特徴とする希土類ボンド磁石の製造方法。

【0013】(2) 前記温間成形は、圧縮成形である上記(1)に記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【0014】(3) 前記結合樹脂は、熱可塑性樹脂で

ある上記(1)または(2)に記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【0015】(4) 前記磁石成形体の空孔率は、5vol%以下である上記(1)ないし(3)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【0016】(5) 前記金属メッキ層は、ニッケルメッキ層である上記(1)ないし(4)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【0017】(6) 前記金属メッキ層の厚さは、3～70μmである上記(1)ないし(5)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【0018】(7) 前記金属メッキ層の厚さをT[μm]としたとき、前記表面の表面粗さRa[μm]との間で、 $1.2 \leq T/Ra \leq 100$ の関係を満足する上記(1)ないし(6)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【0019】(8) 前記希土類ボンド磁石用組成物中の前記結合樹脂の含有量は、1～10wt%である上記(1)ないし(7)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【0020】(9) 前記希土類磁石粉末の平均粒径は、1～150μmである上記(1)ないし(8)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【0021】(10) 前記希土類磁石粉末は、希土類元素と遷移金属とを含む合金よりなるものである上記(1)ないし(9)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【0022】(11) 前記希土類磁石粉末は、ソフト磁性相とハード磁性相とを有する複合組織で構成されるものである上記(1)ないし(10)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【0023】(12) 希土類ボンド磁石は、等方性である上記(1)ないし(11)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【0024】(13) 希土類ボンド磁石は、異方性である上記(1)ないし(11)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法。

【0025】(14) 上記(1)ないし(13)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石の製造方法により製造されたことを特徴とする希土類ボンド磁石。

【0026】(15) 希土類磁石粉末と、結合樹脂とで構成される磁石成形体の表面に金属メッキ層が直接形成された希土類ボンド磁石であって、前記磁石成形体の空孔率が5vol%以下であり、かつ、前記磁石成形体の前記表面の表面粗さRaが10μm以下であることを特徴とする希土類ボンド磁石。

【0027】(16) 前記結合樹脂は、熱可塑性樹脂である上記(15)に記載の希土類ボンド磁石。

【0028】(17) 前記金属メッキ層は、ニッケルメッキ層である上記(15)または(16)に記載の希

土類ボンド磁石。

【0029】(18) 前記磁石成形体中の前記希土類磁石粉末の含有量は、90～99wt%である上記(14)ないし(17)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石。

【0030】(19) 圧縮応力を加えることにより測定される破壊強度が21MPa以上である上記(14)ないし(18)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石。

【0031】(20) 室温での固有保磁力 H_c が320～1600kA/mである上記(14)ないし(19)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石。

【0032】(21) 最大磁気エネルギー積(BH)maxが50kJ/m³以上である上記(14)ないし(20)のいずれかに記載の希土類ボンド磁石。

【0033】

【発明の実施の形態】以下、本発明の希土類ボンド磁石の製造方法および希土類ボンド磁石について、詳細に説明する。

【0034】まず、本発明の希土類ボンド磁石の製造方法について説明する。本発明の希土類ボンド磁石の製造方法は、主に、以下の工程を有している。

【0035】〔希土類ボンド磁石用組成物の製造〕まず、希土類ボンド磁石用組成物（以下単に、「組成物」とも言う）を製造する。この組成物は、主に、希土類磁石粉末と、結合樹脂（バインダー）とで構成されている。また、組成物中には、必要に応じて、酸化防止剤等の添加剤が含まれていてもよい。これらの各構成成分は、例えば、ヘンシェルミキサー、V型混合機等の混合機や攪拌機により混合される。

【0036】以下、これらの各構成成分について説明する。

【0037】1. 希土類磁石粉末

希土類磁石粉末（以下単に、「磁石粉末」とも言う）としては、希土類元素と遷移金属とを含む合金よりなるものが好ましく、特に、次の〔1〕～〔5〕が好ましい。

【0038】〔1〕 Smを主とする希土類元素と、Coを主とする遷移金属とを基本成分とするもの（以下、Sm-Co系合金と言う）。

【0039】〔2〕 R（ただし、Rは、Yを含む希土類元素のうちの少なくとも1種）と、Feを主とする遷移金属（TM）と、Bとを基本成分とするもの（以下、R-TM-B系合金と言う）。

【0040】〔3〕 Smを主とする希土類元素と、Feを主とする遷移金属と、Nを主とする格子間元素とを基本成分とするもの（以下、Sm-Fe-N系合金と言う）。

【0041】〔4〕 R（ただし、Rは、Yを含む希土類元素のうちの少なくとも1種）とFe等の遷移金属とを基本成分とし、ソフト磁性相とハード磁性相とが相隣接して（粒界相を介して隣接する場合も含む）存在する複

合組織（特に、ナノコンポジット組織と呼ばれるものがある）を有するもの。

【0042】〔5〕 前記〔1〕～〔4〕の組成のものうち、少なくとも2種を混合したもの。この場合、混合する各磁石粉末の利点を併有することができ、より優れた磁気特性を容易に得ることができる。

【0043】Sm-Co系合金の代表的なものとしては、SmCo₅、Sm₂TM₁₇（ただしTMは、遷移金属）が挙げられる。

【0044】R-Fe-B系合金の代表的なものとしては、Nd-Fe-B系合金、Pr-Fe-B系合金、Nd-Pr-Fe-B系合金、Nd-Dy-Fe-B系合金、Ce-Nd-Fe-B系合金、Ce-Pr-Nd-Fe-B系合金、これらにおけるFeの一部をCo、Ni等の他の遷移金属で置換したもの等が挙げられる。

【0045】Sm-Fe-N系合金の代表的なものとしては、Sm₂Fe₁₇合金を窒化して作製したSm₂Fe₁₇N₃、TbCu₇型相を主相とするSm-Zr-Fe-Co-N系合金が挙げられる。

【0046】前記希土類元素としては、Y、La、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、Tm、Yb、Lu、ミッシュメタルが挙げられ、これらを1種または2種以上含むことができる。また、前記遷移金属としては、Fe、Co、Ni等が挙げられ、これらを1種または2種以上含むことができる。

【0047】また、保磁力、最大磁気エネルギー積等の磁気特性を向上させるため、あるいは、耐熱性、耐食性を向上させるために、磁石材料中には、必要に応じ、Al、Cu、Ga、Si、Ti、V、Ta、Zr、Nb、Mo、Hf、Ag、Zn、P、Ge、Cr、W等を含むすることもできる。

【0048】前記複合組織（ナノコンポジット組織）は、ソフト磁性相10とハード磁性相11とが、例えば、図1、図2または図3に示すようなパターン（モデル）で存在しており、各相の厚さや粒径がナノメートルレベルで存在している。そして、ソフト磁性相10とハード磁性相11とが相隣接し（粒界相を介して隣接する場合も含む）、磁気的な交換相互作用を生じる。

【0049】ソフト磁性相の磁化は、外部磁界の作用により容易にその向きを変えるので、ハード磁性相に混在すると、系全体の磁化曲線はB-H図（J-H図）の第二象現で段のある「へび型曲線」となる。しかし、ソフト磁性相のサイズが数10nm以下と十分小さい場合には、ソフト磁性体の磁化が周囲のハード磁性体の磁化との結合によって十分強く拘束され、系全体がハード磁性体として振舞うようになる。

【0050】このような複合組織（ナノコンポジット組織）を持つ磁石は、主に、以下に挙げる特徴1）～5）を有している。

【0051】1) B-H図(J-H図)の第二象現で、磁化が可逆的にスプリングバックする(この意味で「スプリング磁石」とも言う)。

2) 着磁性が良く、比較的低い磁場で着磁できる。

3) 磁気特性の温度依存性がハード磁性相単独の場合に比べて小さい。

4) 磁気特性の経時変化が小さい。

5) 微粉碎しても磁気特性が劣化しない。

【0052】このように、複合組織で構成される磁石は、優れた磁気特性を有する。したがって、磁石粉末は、このような複合組織を有するものであるのが特に好ましい。

【0053】なお、図1～図3に示すパターンは、一例であって、これらに限られるものではない。

【0054】磁石粉末の平均粒径は、1～150 μ mであるのが好ましく、5～80 μ mであるのがより好ましい。磁石粉末の平均粒径が、下限値未満であると、酸化による磁気特性の劣化が顕著となる。また、発火のおそれがあるなど取り扱い上の問題も生じる。一方、磁石粉末の平均粒径が、上限値を超えると、混練時、温間成形時等における組成物の流動性が十分に得られない可能性がある。

【0055】なお、磁石粉末の粒径は、例えば、F.S.S. (Fischer Sub-Sieve Sizer) 法により測定することができる。

【0056】また、磁石粉末の粒径分布は、均一でも、ある程度分散されていてもよいが、少量の結合樹脂で成形時のより良好な成形性を得るために、磁石粉末の粒径分布は、ある程度分散されている(バラツキがある)のが好ましい。これにより、得られた希土類ボンド磁石の空孔率をより低減することもできる。

【0057】なお、前記【5】の場合、混合する磁石粉末の組成毎に、その平均粒径が異なってもよい。

【0058】磁石粉末の製造方法は、特に限定されず、例えば、溶解・鋳造により合金インゴットを作製し、この合金インゴットを適度な粒度に粉碎し(さらに分級し)て得られたもの、アモルファス合金を製造するのに用いる急冷薄帯製造装置で、リボン状の急冷薄片(微細な多結晶が集合)を製造し、この薄片(薄帯)を適度な粒度に粉碎し(さらに分級し)て得られたもの、ガスア

トマイズのようなアトマイズ法により得られたもの等、いずれでもよい。

【0059】以上のような磁石粉末の組成物中での含有量は、90～99wt%であるのが好ましく、93～98wt%であるのがより好ましい。磁石粉末の含有量が下限値未満であると、磁気特性の向上が図れない場合がある。一方、磁石粉末の含有量が上限値を超えると、相対的に結合樹脂の含有量が少なくなり、成形性が低下する場合がある。

【0060】2. 結合樹脂(バインダー)

結合樹脂(バインダー)としては、熱可塑性樹脂、熱硬化性樹脂が挙げられるが、特に、熱可塑性樹脂であるのが好ましい。

【0061】熱可塑性樹脂としては、例えば、ポリアミド(例:ナイロン6、ナイロン46、ナイロン66、ナイロン610、ナイロン612、ナイロン11、ナイロン12、ナイロン6-12、ナイロン6-66)、熱可塑性ポリイミド、芳香族ポリエステル等の液晶ポリマー、ポリフェニレンオキシド、ポリフェニレンサルファイド、ポリエチレン、ポリプロピレン、エチレン-酢酸ビニル共重合体等のポリオレフィン、変性ポリオレフィン、ポリカーボネート、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等のポリエステル、ポリエーテル、ポリエーテルエーテルケトン、ポリエーテルイミド、ポリアセタール等、またはこれらを主とする共重合体、ブレンド体、ポリマーアロイ等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0062】これらのうちでも、成形性が特に優れており、機械的強度が高いことから、ポリアミド、耐熱性向上の点から、液晶ポリマー、ポリフェニレンサルファイドを主とするものが好ましい。また、これらの熱可塑性樹脂は、磁石粉末との混練性にも優れている。

【0063】このような熱可塑性樹脂は、その種類、共重合化等により、例えば成形性を重視したものや、耐熱性、機械的強度を重視したものというように、広範囲の選択が可能となるという利点がある。

【0064】一方、熱硬化性樹脂としては、例えば、ビスフェノール型、ノボラック型、ナフタレン系等の各種エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ユリア樹脂、メラミン樹脂、ポリエステル(不飽和ポリエステル)樹脂、ポリイミド樹脂、シリコーン樹脂、ポリウレタン樹脂等が挙げられ、これらのうちの1種または2種以上を混合して用いることができる。

【0065】これらのうちでも、成形性が特に優れており、機械的強度が高く、耐熱性に優れるという点から、エポキシ樹脂、フェノール樹脂、ポリイミド樹脂、シリコーン樹脂が好ましく、エポキシ樹脂が特に好ましい。また、これらの熱硬化性樹脂は、磁石粉末との混練性、混練の均一性にも優れている。

【0066】なお、使用される熱硬化性樹脂(未硬化)は、室温で液状のものでも、固形(粉末状)のものでもよい。

【0067】また、結合樹脂の融点は、特に限定されないが、130～350℃であるのが好ましく、150～300℃であるのがより好ましい。結合樹脂の融点が下限値未満であると、後述する磁石成形体の耐熱性が低下し、十分な温度特性(磁氣的または機械的)を確保するのが困難となる場合がある。一方、結合樹脂の融点が上限値を超えると、温間成形時等に、組成物の温度が上昇

し、磁石粉末等の酸化が生じ易くなる場合がある。

【0068】以上のような結合樹脂の組成物中での含有量は、1～10wt%であるのが好ましく、1.5～5wt%であるのがより好ましい。結合樹脂の含有量が下限値未満であると、成形性が低下する可能性がある。一方、結合樹脂の含有量が上限値を超えると、相対的に磁石粉末の含有量が少なくなり、磁気特性の向上が図れない場合がある。

【0069】3. 酸化防止剤

組成物中には、必要に応じて、酸化防止剤が含まれる。 10

【0070】酸化防止剤が組成物中に含有されることにより、組成物の製造時等における磁石粉末の酸化や結合樹脂の酸化が防止される。

【0071】この酸化防止剤の添加は、磁石粉末の酸化が防止され、磁石の磁気特性の向上に寄与するとともに、組成物の混練時、成形時などにおける熱的安定性の向上に寄与し、少ない結合樹脂量で良好な成形性を確保する上でも重要な役割を果たす。

【0072】この酸化防止剤は、組成物の製造時や磁石への成形時等において、揮発したり、変質したりするので、製造された希土類ボンド磁石中には、その一部が残留した状態で存在する。 20

【0073】酸化防止剤としては、磁石粉末等の酸化を防止または抑制し得るものであればいかなるものでもよく、例えば、アミン系化合物、アミノ酸系化合物、ニトロカルボン酸類、ヒドラジン化合物、シアン化合物、硫化物等の、金属イオン、特にFe成分に対し、キレート化合物を形成するキレート化剤等が挙げられる。

【0074】このような酸化防止剤を添加する場合、組成物中での酸化防止剤の含有量は、0.2～3wt%であるのが好ましく、0.5～2wt%であるのがさらに好ましい。 30

【0075】4. その他の添加剤

また、組成物中には、必要に応じて、例えば、可塑剤（例えば、ステアリン酸亜鉛等の脂肪酸塩、オレイン酸等の脂肪酸）、潤滑剤（例えば、シリコーンオイル、各種ワックス、脂肪酸、アルミナ、シリカ、チタニア等の各種無機潤滑剤）、その他成形助剤等の各種添加剤を添加することができる。

【0076】〔希土類ボンド磁石用組成物の混練〕以上 40
のような希土類ボンド磁石用組成物は、各構成成分を混合した混合物として、または、この混合物をさらに混練した混練物として、後述する温間成形に供されるが、本発明では、特に、この混練物を用いて温間成形を行うのが好ましい。

【0077】各構成成分の混合は、前述したように、例えば、ヘンシェルミキサー、V型混合機等の混合機や攪拌機を用いて行われる。

【0078】また、混練は、例えば、ロール式混練機、ニーダー、二軸押出混練機等の混練機等を用いて行われ 50

る。

【0079】この混練は、常温下で行われてもよいが、用いられる結合樹脂が軟化を開始する温度またはそれ以上の温度で行われるのが好ましい。特に、結合樹脂が熱硬化性樹脂である場合、結合樹脂が軟化を開始する温度以上の温度で、かつ結合樹脂が硬化を開始する温度未満の温度で混練されるのが好ましい。

【0080】このような温度で混練を行うことにより、混練の効率が向上し、常温で混練する場合に比べて、より短時間で均一に混練することが可能となるとともに、結合樹脂の粘度が下がった状態で混練されるので、磁石粉末の周囲を結合樹脂が覆うような状態となり、組成物中およびそれより製造された磁石中の空孔率の減少に寄与する。

【0081】〔造粒または整粒〕混合または混練することにより得られた組成物（コンパウンド）は、必要に応じて、造粒または整粒され、粒状体として温間成形に供される。これにより、成形の作業、特に、成形金型への組成物の充填作業等をより簡単に行うことができるとともに、寸法のバラツキが抑制され、寸法安定性が向上する。

【0082】造粒または整粒の方法は、特に限定されないが、粉碎によりなされるのが好ましい。この粉碎は、例えば、ボールミル、振動ミル、破砕機、ジェットミル、ピンミル等を用いて行われる。

【0083】また、例えば、押出式造粒機のような造粒機を用いて行うこともでき、さらには、造粒機による造粒と、前記粉碎とを組み合わせることもできる。

【0084】また、粒状体の粒径の調整は、篩い等を用いて分級することにより行うことができる。

【0085】粒状体としては、その最大粒径が成形金型のギャップ（粒状体を充填する空間）の最小寸法以下であるのが好ましく、また、その最大粒径が0.3mm以上であるのが好ましく、0.5mm以上であるのがより好ましい。粒状体の最大粒径が成形金型のギャップの最小寸法を超えると、粒状体の金型への充填作業がし難くなり、希土類ボンド磁石の寸法精度の向上が不十分となる。一方、粒状体の最大粒径が小さすぎると、得られた希土類ボンド磁石の空孔率が上昇する傾向を示す。

【0086】また、同様の理由から、粒状体の平均粒径は、0.01～0.5mmであるのが好ましく、0.05～0.3mmであるのがより好ましい。

【0087】このような粒状体は、粒径にある程度のバラツキがあるものでもよいが、粒径ができるだけ均一なものであるのが好ましい。

【0088】〔磁石成形体の成形（温間成形）〕このようにして得られたコンパウンドを所定の形状に成形することにより、磁石成形体が製造される。この成形は、前記結合樹脂が軟化または熔融状態となる温度で行われる（温間成形）。

【0089】なお、成形の方法としては、前述した圧縮成形、射出成形、押出成形等の方法のうちのいずれでもよいが、表面粗さ R_a の値を小さくし易いという点で圧縮成形が好ましい。以下、代表して圧縮成形について説明する。

【0090】温間圧縮成形は、コンパウンドを圧縮成形機の成形金型内に充填し、磁場中または無磁場中で、コンパウンドを加圧することにより行われる。磁場中で成形されることにより得られる磁石成形体は、異方性の希土類ボンド磁石の製造に用いられ、無磁場中で成形されることにより得られる磁石成形体は、等方性の希土類ボンド磁石の製造に用いられる。

【0091】この温間圧縮成形は、成形金型を加熱すること等により、成形時のコンパウンドの温度を、用いられる結合樹脂が溶融する所定の温度とした状態で行われる。

【0092】このときの金型温度は、用いられる結合樹脂の軟化点以上の温度であればよいが、結合樹脂の融点を t ℃としたとき、 $t \sim (t+80)$ ℃程度であるのが好ましい。ただし、結合樹脂が熱硬化性樹脂であり、かつこの結合樹脂の硬化を開始する温度が $(t+80)$ より低い場合、温間圧縮成形時における金型温度の上限は、結合樹脂の硬化を開始する温度未満の温度であるのが好ましい。

【0093】このような温度で温間圧縮成形を行うことにより、成形時におけるコンパウンドの流動性が向上し、低空孔率で、表面粗さ R_a の小さい磁石成形体を製造することができる。

【0094】なお、 n 種類の樹脂を混合して用いる場合、前述した結合樹脂の融点 t (℃) は、例えば、次のようにして換算することができる。

【0095】結合樹脂として用いられる樹脂の合計を1重量部としたときの各樹脂の量をそれぞれ A_1 、 A_2 、 \dots 、 A_n 重量部、各樹脂の融点をそれぞれ t_1 、 t_2 、 \dots 、 t_n (℃) としたとき、用いられる結合樹脂の融点は、 $A_1 t_1 + A_2 t_2 + \dots + A_n t_n$ (℃) で表される。

【0096】温間圧縮成形時における成形圧力は、成形時の金型温度等によって若干異なるが、100～980 MPaであるのが好ましく、200～700 MPaであるのがより好ましい。

【0097】このようにして得られた磁石成形体の空孔率は、5 vol %以下であるのが好ましく、3 vol %以下であるのがより好ましい。希土類ボンド磁石の空孔率が上限値を超えると、用途によっては、満足な磁気特性が得られない場合がある。

【0098】また、磁石成形体の表面の表面粗さ R_a は、10 μ m以下であり、特に、5 μ m以下であるのが好ましく、0.05～2 μ m以下であるのがより好ましい。

【0099】表面粗さ R_a をこのような範囲に限定する

ことにより、後述する金属メッキ層を均一、均質に形成することが可能となる。また、メッキ層におけるピンホールの形成も防止されるため、得られる希土類ボンド磁石の耐食性、機械的強度を向上することが可能となる。また、湿式メッキによる金属メッキ層の形成時に、メッキ液が空孔部等に残存するのが防止されるため、残留メッキ液が原因で発生する磁石の腐食等を防止することができる。

【0100】なお、磁石成形体の表面粗さ R_a は、少なくとも金属メッキ層が形成される部位において、前述した範囲であればよい。

【0101】圧縮成形、射出成形、押出成形等の各種方法により得られた磁石成形体に対しては、必要に応じ、切断、切削、研削、研磨等の加工や、表面の清浄化、化学処理等の後処理を施してもよい。このような処理は、前記表面粗さの調整を目的として行われてもよい。

【0102】〔金属メッキ層の形成〕このようにして得られた磁石成形体の前記表面（表面粗さ R_a が10 μ m以下の表面）に対して、金属メッキ層の形成を行う。

【0103】この金属メッキ層の形成は、磁石成形体の表面に対し、樹脂による封孔処理を施さずに直接行う。

【0104】このため、封孔処理の工程を必要とすることなく希土類ボンド磁石を製造することができ、生産性の向上に寄与する。また、前述したように、磁石成形体の表面は、その表面粗さ R_a が10 μ m以下と十分に平滑になっているため、磁石成形体の表面に、直接金属メッキ層を形成しても、各部位における金属メッキ層の厚さや質が均一になる。これにより、得られる希土類ボンド磁石の耐食性、機械的強度を高いものとすることができる。また、磁石成形体の表面粗さ R_a が小さく、表面に存在する空孔等も少ない。このため、メッキ液の空孔部等への残存が原因となる磁石の腐食等の問題も発生しにくい。

【0105】この金属メッキ層を構成する金属としては、例えば、Ni、Cu、Cr、Zn、Sn、Ag、Au、Ptあるいは、これらを含む合金等が挙げられるが、中でもNi、またはNiを含む金属であるのが好ましい。金属メッキ層がこのような金属で構成されることにより、良好な耐食性ととも、磁石としての高い強度が得られる。

【0106】金属メッキ層の形成方法としては、例えば、電解メッキ、無電解メッキ、浸漬メッキ等の湿式メッキや、例えば、蒸着、スパッタリング、CVD、PVD等の乾式メッキ等が挙げられる。その中でも、湿式メッキであるのが好ましく、電解メッキであるのがより好ましい。このような方法で金属メッキ層を形成することにより、低い工程コストで密着性の良好なメッキ層を形成することができる。

【0107】金属メッキ層の厚さは、特に限定されないが、3～70 μ mであるのが好ましく、5～50 μ mで

あるのがより好ましい。金属メッキ層の厚さが下限値未満であると、得られる希土類ボンド磁石が十分な耐食性、機械的強度を有さない場合がある。一方、金属メッキ層の厚さが上限値を超えると、希土類ボンド磁石の生産性が低下する。

【0108】また、金属メッキ層の厚さを T [μm]としたとき、前述した磁石成形体の表面粗さ R_a [μm]との間で、下記式 (I) を満足するのが好ましい。

【0109】 $1.2 \leq T/R_a \leq 100 \dots (I)$

また、式 (I) に代わり、式 (II) を満足するのがより好ましい。

【0110】 $3 \leq T/R_a \leq 50 \dots (II)$

T/R_a の値が前記式中の下限値未満であると、得られる希土類ボンド磁石が十分な耐食性、機械的強度を有さない場合がある。一方、 T/R_a の値が前記式中の上限値を超えると、希土類ボンド磁石の生産性が低下する場合がある。

【0111】なお、金属メッキ層の形成の前処理として、前記工程で得られた磁石成形体に対し、必要に応じ、表面の清浄化、下地処理、その他種々の化学処理等を施してもよい。

【0112】本発明の希土類ボンド磁石は、圧縮応力を加えることにより測定される破壊強度が 21MPa 以上であるのが好ましく、 25MPa 以上であるのがより好ましい。

【0113】本発明の希土類ボンド磁石は、保磁力（室温での固有保磁力） H_c が $320 \sim 1600\text{kA/m}$ 程度であるのが好ましく、 $400 \sim 1200\text{kA/m}$ 程度であるのがより好ましい。保磁力が前記下限値未満では、用途によっては逆磁場がかかったときの減磁が顕著になり、また、高温における耐熱性が劣る。また、保磁力が前記上限値を超えると、着磁性が低下する。従って、保磁力 H_c を上記範囲とすることにより、希土類ボンド磁石（特に、円筒状磁石）に多極着磁等をするような場合に、十分な着磁磁場が得られないときでも、良好な着磁が可能となり、十分な磁束密度が得られ、高性能な希土類ボンド磁石を提供することができる。

【0114】本発明の希土類ボンド磁石は、最大磁気エネルギー積 $(BH)_{\text{max}}$ が 50kJ/m^3 以上であるのが好ましく、 80kJ/m^3 以上であるのがより好ましい。最大磁気エネルギー積 $(BH)_{\text{max}}$ が 50kJ/m^3 未満であると、モータ用に用いた場合、その種類、構造によっては、十分なトルクが得られない。

【0115】本発明の希土類ボンド磁石の形状、寸法等は特に限定されず、例えば、形状に関しては、例えば、円柱状、角柱状、円筒状（リング状）、円弧状、平板状、湾曲板状等のあらゆる形状のものが可能であり、そ

の大きさも、大型のものから超小型のものまであらゆる大きさのものが可能である。

【0116】

【実施例】次に、本発明の具体的実施例について説明する。

【0117】（実施例1）合金組成が $(\text{Nd}_{0.7}\text{Pr}_{0.3}\text{Dy}_{0.01})_{0.9}\text{Fe}_{0.9}\text{Co}_{0.1}\text{B}_{0.01}\text{Al}_{0.01}$ で表され、その構成組織が、 $R_2(\text{Fe} \cdot \text{Co})_{11}$ B型相（ハード磁性相）と、 $\alpha-(\text{Fe}, \text{Co})$ 型相（ソフト磁性相）とからなる複合組織（ナノコンポジット組織）である等方性の希土類磁石粉末を用意した。この希土類磁石粉末の平均粒径は、 $40\mu\text{m}$ であった。

【0118】この希土類磁石粉末と、融点が 178°C のポリアミド樹脂（ナイロン12）と、ヒドラジン系酸化防止剤とを混合した後、さらにこれらを $225^\circ\text{C} \times 15$ 分間、混練して希土類ボンド磁石用組成物（コンパウンド）を作製した。このとき、希土類磁石粉末、ポリアミド樹脂（ナイロン12）、ヒドラジン系酸化防止剤の配合比率（重量比）は、それぞれ $97\text{wt}\%$ 、 $1.6\text{wt}\%$ 、 $1.4\text{wt}\%$ とした。

【0119】次いで、このコンパウンドを粉砕して平均粒径 0.3mm の粒状体とし、この粒状体を圧縮成形機の金型内に充填して、無磁場で温間圧縮成形し、直径 $10\text{mm} \times$ 高さ 7mm の円柱状の磁石成形体を得た。このとき、成形時の金型温度を $130 \sim 240^\circ\text{C}$ の範囲で変化させた7つの条件でそれぞれ30個の磁石成形体を製造した（サンプルNo. 1～No. 7）。成形圧力は、いずれも 400MPa であった。

【0120】得られた磁石成形体の表面を純水中で清浄化した後、それぞれの条件で得られた磁石成形体について、密度、表面の表面粗さ R_a の測定を行った。表面粗さ R_a は、磁石成形体の両端面および周面上の10箇所の点において、光学的方法により測定し、その平均値を求めた。また、希土類磁石粉末等の配合比、磁石成形体の密度から、磁石成形体の空孔率を算出した。各条件の磁石成形体について、成形時の金型温度、密度、表面の表面粗さ R_a 、空孔率の平均値を表1に示す。

【0121】次に、各磁石成形体の表面に金属メッキ層を形成し、等方性の希土類ボンド磁石とした。メッキ用金属として、 Ni を用いて、バレルメッキにより電気メッキを行った。ニッケルメッキ層の厚さ T は、得られた希土類ボンド磁石の両端面および周面上の10箇所の点において、蛍光X線型厚さ計により測定した。これらの平均値を表1に示す。併せて、 T/R_a の値も表1に示す。

【0122】

【表1】

サンプルNo.	成形温度 (℃)	密度 (Mg/m^3)	平均粗さRa (μm)	空孔率 (vol%)	金属メッキ層厚さT (μm)	T/Ra
1 (比較例)	130	5.62	15.1	12.08	14.0	0.93
2 (比較例)	140	5.79	11.2	9.37	20.1	1.79
3 (本発明)	173	6.08	4.3	4.80	14.0	3.26
4 (本発明)	180	6.30	1.5	1.24	20.8	13.87
5 (本発明)	200	6.33	0.9	0.77	13.8	15.33
6 (本発明)	220	6.33	0.9	0.77	19.5	21.67
7 (本発明)	240	6.34	0.8	0.61	21.6	27.00

【0123】これらの希土類ボンド磁石について、磁場強度 3.2 MA/m のパルス着磁を施した後、直流自記磁束計 (東英工業 (株) 製、TRF-5BH) にて最大印加磁場 2.0 MA/m で磁気特性 (磁束密度 B_r 、保磁力 H_c および最大磁気エネルギー積 (BH) ...) を測定した。測定時の温度は、23℃ (室温) であった。

【0124】各希土類ボンド磁石について、磁束密度 B_r 、保磁力 H_c 、および最大磁気エネルギー積 (BH) ... の値を表 2 に示す。

【0125】また、各希土類ボンド磁石 (各 20 個) について、耐食性試験を行った。この耐食性試験は、各希

土類ボンド磁石を 80℃×90%RH の雰囲気中に 1000 時間静置した後、発錆の有無を検査した。各条件の希土類ボンド磁石について、発錆の認められた個数を表 2 に示す。

【0126】さらに、各希土類ボンド磁石 (各 10 個) について、破壊強度を測定した。破壊強度は、ロードセルにより、圧縮応力を加えることにより測定し、その平均値を求めた。その結果を表 2 に示す。

【0127】

【表 2】

(実施例 1)

サンプルNo.	B_r (T)	H_c (kA/m)	(BH) _{max} (kJ/m^3)	発錆個数	破壊強度 (MPa)
1 (比較例)	0.77	548	84.5	10	20.2
2 (比較例)	0.79	553	88.8	8	20.8
3 (本発明)	0.83	572	98.9	0	25.1
4 (本発明)	0.86	569	107.2	0	31.0
5 (本発明)	0.87	565	108.7	0	35.0
6 (本発明)	0.87	560	108.1	0	35.1
7 (本発明)	0.86	551	106.3	0	36.0

【0128】表 2 から明らかなように、サンプル No. 3~No. 7 (本発明) の希土類ボンド磁石は、いずれも、優れた磁気特性 (残留磁束密度 B_r 、最大磁気エネルギー積 (BH) ... および保磁力 H_c) を有しており、耐食性試験においても発錆が認められなかったのに対し、サンプル No. 1、No. 2 (比較例) の希土類ボンド磁石は、磁気特性が劣っており、耐食性試験においても、それぞれ 10 個、8 個の希土類ボンド磁石に発錆が認められた。

【0129】また、破壊強度の試験においても、本発明の希土類ボンド磁石 (サンプル No. 3~No. 7) は、比較例の希土類ボンド磁石 (サンプル No. 1、No. 2) より、すぐれた機械的強度を有することが確認された。

【0130】(実施例 2) 合金組成が $\text{Nd}_{1-x}\text{Fe}_x$ 、 $\text{B}_x\text{Ga}_{1-x}\text{Zr}_{1-x}$ で表される異方性の希土類磁石粉末を用意した。この希土類磁石粉末の平均粒径は、50 μm であった。

【0131】この希土類磁石粉末と、融点が 178℃ の

ポリアミド樹脂 (ナイロン 12) と、ヒドラジン系酸化防止剤とを混合した後、さらにこれらを 225℃×15 分間、混練して希土類ボンド磁石用組成物 (コンパウンド) を作製した。このとき、希土類磁石粉末、ポリアミド樹脂 (ナイロン 12)、ヒドラジン系酸化防止剤の配合比率 (重量比) は、それぞれ 97wt%、1.6wt%、1.4wt% とした。

【0132】次いで、このコンパウンドを粉碎して平均粒径 0.25 mm の粒状体とし、この粒状物を圧縮成形機の金型内に充填して、磁場強度 1.2 MA/m の磁場中で温間圧縮成形し、直径 10 mm×高さ 7 mm の円柱状の磁石成形体を得た。このとき、成形時の金型温度を 130~240℃ の範囲で変化させた 7 つの条件でそれぞれ 30 個の磁石成形体を製造した (サンプル No. 8~No. 14)。成形圧力は、いずれも 350 MPa であった。

【0133】得られた磁石成形体の表面を純水中で洗浄した後、それぞれの条件で得られた磁石成形体について、密度、表面の表面粗さ Ra の測定を行った。表面粗

さ R_a は、磁石成形体の両端面および周面上の 10 箇所の点において、光学的方法により測定し、その平均値を求めた。また、希土類磁石粉末等の配合比、磁石成形体の密度から、磁石成形体の空孔率を算出した。各条件の磁石成形体について、成形時の金型温度、密度、表面の表面粗さ R_a 、空孔率の平均値を表 3 に示す。

【0134】次に、各磁石成形体の表面に金属メッキ層を形成し、異方性の希土類ボンド磁石とした。メッキ用

金属として、Ni を用いて、バレルメッキにより電気メッキを行った。ニッケルメッキ層の厚さ T は、得られた希土類ボンド磁石の両端面および周面上の 10 箇所の点において、蛍光 X 線型厚さ計により測定した。これらの平均値を表 3 に示す。併せて、 T/R_a の値も表 3 に示す。

【0135】

【表 3】

(実施例 2)

サンプル No.	成形温度 ($^{\circ}\text{C}$)	密度 (Mg/m^3)	平均粗さ R_a (μm)	空孔率 (vol %)	金属メッキ層厚さ T (μm)	T/R_a
8 (比較例)	130	5.65	14.3	11.60	16.4	1.15
9 (比較例)	140	5.76	10.8	9.85	20.2	1.87
10 (本発明)	173	6.10	4.5	4.43	15.3	3.40
11 (本発明)	180	6.25	1.6	2.04	19.8	12.38
12 (本発明)	200	6.28	0.9	1.56	21.6	24.00
13 (本発明)	220	6.28	0.9	1.56	16.2	18.00
14 (本発明)	240	6.29	0.8	1.40	20.4	25.50

【0136】これらの希土類ボンド磁石について、磁場強度 3.2 MA/m のパルス着磁を施した後、直流自記磁束計 (東英工業 (株) 製、TRF-5BH) にて最大印加磁場 2.0 MA/m で磁気特性 (磁束密度 B_r 、保磁力 H_c 、および最大磁気エネルギー積 (BH) ...) を測定した。測定時の温度は、23 $^{\circ}\text{C}$ (室温) であった。

【0137】各希土類ボンド磁石について、磁束密度 B_r 、保磁力 H_c 、および最大磁気エネルギー積 (BH) ... の値を表 4 に示す。

【0138】また、各希土類ボンド磁石 (各 20 個) について、耐食性試験を行った。この耐食性試験は、各希

20

土類ボンド磁石を 80 $^{\circ}\text{C}$ 、90%RH の雰囲気中に 1000 時間静置した後、発錆の有無を検査した。各条件の希土類ボンド磁石について、発錆の認められた個数を表 4 に示す。

【0139】さらに、各希土類ボンド磁石 (各 10 個) について、破壊強度を測定した。破壊強度は、ロードセルにより、圧縮応力を加えることにより測定し、その平均値を求めた。その結果を表 4 に示す。

【0140】

【表 4】

(実施例 2)

サンプル No.	B_r (T)	H_{cJ} (kA/m)	(BH) $_{\text{max}}$ (kJ/m 3)	発錆個数	破壊強度 (MPa)
8 (比較例)	0.85	1098	121.5	11	19.8
9 (比較例)	0.87	1101	127.1	7	20.6
10 (本発明)	0.92	1131	142.6	0	25.3
11 (本発明)	0.94	1125	149.3	0	31.2
12 (本発明)	0.95	1120	152.5	0	35.3
13 (本発明)	0.95	1115	152.0	0	35.4
14 (本発明)	0.94	1109	148.9	0	36.1

【0141】表 4 から明らかなように、サンプル No. 10 ~ No. 14 (本発明) の希土類ボンド磁石は、いずれも、優れた磁気特性 (残留磁束密度 B_r 、最大磁気エネルギー積 (BH) ... および保磁力 H_c) を有しており、耐食性試験においても発錆が認められなかったのに対し、サンプル No. 8、No. 9 (比較例) の希土類ボンド磁石は、磁気特性が劣っており、耐食性試験においても、それぞれ 11 個、7 個の希土類ボンド磁石に発錆が認められた。

【0142】また、破壊強度の試験においても、本発明の希土類ボンド磁石 (サンプル No. 10 ~ No. 1

40

4) は、比較例の希土類ボンド磁石 (サンプル No. 8、No. 9) より、すぐれた機械的強度を有することが確認された。

【0143】

【発明の効果】以上述べたように、本発明によれば、次のような効果が得られる。

【0144】・金属メッキ層が均一、均質であり、そのため、耐食性にすぐれ、機械的強度が大きい。

【0145】・磁石成形体の表面上に従来のような封孔処理を施すことなく、直接金属メッキ層が形成されるため、希土類ボンド磁石の製造において、工程数の増大が

50

抑えられ、生産性の向上に寄与する。

【0146】・磁石成形体の表面粗さ R_a が小さいため、湿式メッキによる金属メッキ層の形成時にメッキ液が残留することによって生じる磁石の腐食等を防止することができる。

【0147】・空孔率を低くすることができ、よって、優れた磁気特性が得られる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の希土類磁石粉末における複合組織（ナ

ノコンポジット組織）の一例を模式的に示す図である。

【図2】本発明の希土類磁石粉末における複合組織（ナノコンポジット組織）の一例を模式的に示す図である。

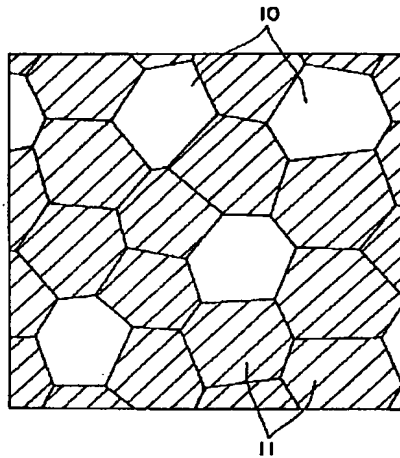
【図3】本発明の希土類磁石粉末における複合組織（ナノコンポジット組織）の一例を模式的に示す図である。

【符号の説明】

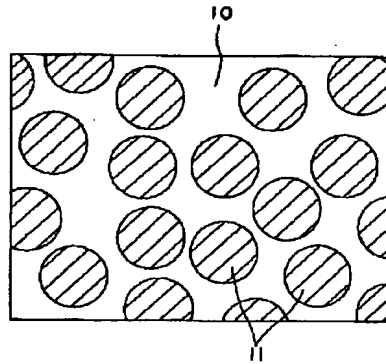
10 ソフト磁性相

11 ハード磁性相

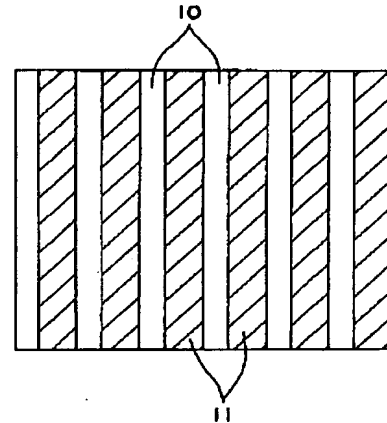
【図1】



【図2】



【図3】



THIS PAGE BLANK (USPTO)

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2001-267162

(43)Date of publication of application : 28.09.2001

(51)Int.Cl.

H01F 41/02

H01F 1/08

(21)Application number : 2000-070666 (71)Applicant : SEIKO EPSON CORP

(22)Date of filing : 14.03.2000 (72)Inventor : ARAI SEI

(54) RARE-EARTH BOND MAGNET AND METHOD FOR MANUFACTURING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a rare-earth bond magnet which is superior in anticorrosion and high in mechanical strength.

SOLUTION: In this method for manufacturing a rare-earth bond magnet, a rare-earth magnet powder and a bond resin are mixed at a specified ratio, and they are kneaded. Then the kneaded substance is subject to warm molding at a temperature so that the bond resin is softened or melted, thereby forming a magnet molded body having a surface roughness Ra of 10 μ m or less, and a metallic plating layer is directly formed on the surface of the magnet molded body.

THIS PAGE BLANK (USPTO)

*** NOTICES ***

Japan Patent Office is not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1.This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2.***** shows the word which can not be translated.

3.In the drawings, any words are not translated.

[Claim(s)]

[Claim 1] The manufacture approach of the rare-earth bond magnet characterized by to have the process which manufactures a magnet Plastic solid with the front face where blue heat forming performs at the process which mixes or kneads rare earth magnet powder and joint resin, and manufactures the constituent for rare-earth bond, and the temperature from which said joint resin will be in softening or a melting condition to said constituent for rare-earth bond, and surface-roughness Ra becomes 10 micrometers or less, and the process which form a direct metal deposit in said front face of said magnet Plastic solid.

[Claim 2] Said blue heat forming is the manufacture approach of the rare earth bond magnet according to claim 1 which is compression molding.

[Claim 3] Said joint resin is the manufacture approach of the rare earth bond magnet according to claim 1 or 2 which is thermoplastics.

[Claim 4] The void content of said magnet Plastic solid is the manufacture approach of the rare earth bond magnet according to claim 1 to 3 which is less than [5vol%].

[Claim 5] Said metal deposit is the manufacture approach of the rare earth bond magnet according to claim 1 to 4 which is a nickel-plating layer.

[Claim 6] The thickness of said metal deposit is the manufacture approach of the rare earth bond magnet according to claim 1 to 5 which is 3-70 micrometers.

[Claim 7] The manufacture approach of a rare earth bond magnet according to claim 1 to 6 of satisfying the relation of $1.2 \leq T/Ra \leq 100$ between surface roughness Ra [μm] of said front face when thickness of said metal deposit is set to T [μm].

[Claim 8] The content of said joint resin in said constituent for rare earth bond magnets is the manufacture approach of the rare earth bond magnet according to claim 1 to 7 which is 1 - 10wt%.

[Claim 9] The mean diameter of said rare earth magnet powder is the manufacture approach of the rare earth bond magnet according to claim 1 to 8 which is 1-150 micrometers.

[Claim 10] Said rare earth magnet powder is the manufacture approach of the rare earth bond magnet according to claim 1 to 9 which is what consists of an alloy containing rare earth elements and transition metals.

[Claim 11] Said rare earth magnet powder is the manufacture approach of the rare earth bond magnet according to claim 1 to 10 which is what consists of complex tissues which have a soft magnetism phase and a hard magnetism phase.

[Claim 12] A rare earth bond magnet is the manufacture approach of the rare earth bond magnet according to claim 1 to 11 which is isotropy.

[Claim 13] A rare earth bond magnet is the manufacture approach of the rare earth bond magnet according to claim 1 to 11 which is an anisotropy.

[Claim 14] The rare earth bond magnet characterized by being manufactured by the manufacture approach of a rare earth bond magnet according to claim 1 to 13.

[Claim 15] The rare earth bond magnet characterized by being the rare earth bond magnet with which the metal deposit was directly formed in the front face of the magnet Plastic solid which consists of rare earth magnet powder and joint resin, and for the void content of said magnet Plastic solid being less than [5vol%], and surface roughness Ra of said front face of said magnet Plastic solid being 10 micrometers or less.

[Claim 16] Said joint resin is a rare earth bond magnet according to claim 15 which is thermoplastics.

[Claim 17] Said metal deposit is a rare earth bond magnet according to claim 15 or 16 which is a nickel-plating layer.

[Claim 18] The content of said rare earth magnet powder in said magnet Plastic solid is a rare earth bond magnet according to claim 14 to 17 which is 90 – 99wt%.

[Claim 19] The rare earth bond magnet according to claim 14 to 18 whose disruptive strength measured by applying compressive stress is 21 or more MPas.

[Claim 20] The rare earth bond magnet according to claim 14 to 19 whose proper coercive force HcJ in a room temperature is 320 – 1600 kA/m.

[Claim 21] The maximum magnetic energy product (BH) Rare earth bond magnet according to claim 14 to 20 whose max is three or more 50 kJ/m.

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the manufacture approach of a rare earth bond magnet, and a rare earth bond magnet.

[0002]

[Description of the Prior Art] Although pressing of the rare earth bond magnet is carried out to the magnet configuration of a request of the mixture (compound) of rare earth magnet powder and joint resin (organic binder) and it is manufactured, compression forming, the injection-molding method, and the extrusion method are used for the shaping approach.

[0003] Compression forming is an approach of it being filled up with said compound into press metal mold, pressing this, acquiring a Plastic solid, carrying out heat hardening of this after that when joint resin is thermosetting resin, and manufacturing a magnet. Since shaping of this approach is possible in the small amount of joint resin compared with other approaches, it can make [many] the amount of magnetic powder of the obtained magnet, and is advantageous to improvement in magnetic properties.

[0004] An extrusion method is the approach of carrying out cooling solidification, while extruding said compound by which heating melting was carried out from the metal mold of an extruding press machine, and cutting to the desired die length and using as a magnet. By this approach, the degree of freedom to a magnetic configuration is large, there are few amounts of magnetic powder in the magnet which needed to make [many] the addition of joint resin compared with it of compression forming, therefore was obtained in order to secure the fluidity of the melt at the time of shaping, although there is an advantage that the magnet of thin meat and a long picture can also be manufacture easily, and there is an inclination for magnetic properties to fall.

[0005] The injection-molding method is the approach of carrying out heating fusion of said compound, pouring in this melt into metal mold, where sufficient fluidity is given, and fabricating in a predetermined magnet configuration. By this approach, the degree of freedom to a magnetic configuration has the advantage that it is still larger compared with an extrusion method, and a variant magnet can also be manufactured especially easily. However, since level with the fluidity of the melt at the time of shaping higher than said extrusion method is required, the addition of joint resin has few amounts of magnetic powder in the magnet which needed to make [more / still] it compared with it of an extrusion method, therefore was obtained, and magnetic properties serve as the inclination to fall further.

[0006] By the way, among the above all directions methods, although compression forming can fabricate a magnet with more high magnetic properties compared with other approaches, it had the following troubles.

[0007] That is, in this conventional compression forming, the void content of the magnet Plastic solid acquired is high, and the inclination for surface roughness to also become large is shown. Consequently, it had the fault that magnetic corrosion resistance and a

mechanical strength fell.

[0008] Then, compacting pressure performs high-pressure molding of 1000 or more MPas, or approaches, such as performing metal plating after shaping, have been performed.

[0009] However, the burden to metal mold or a making machine is large, those enlargement is required, and high-pressure molding causes lifting of a manufacturing cost. It was difficult for variations, such as thickness of the metal deposit formed, to become large, and to, attain improvement in sufficient corrosion resistance and a mechanical strength on the other hand, since the surface roughness of a magnet Plastic solid is large when performing metal plating. Moreover, plating liquid remained in the hole section etc. and it also had troubles, such as causing magnetic corrosion.

[0010]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] The object of this invention is excellent in corrosion resistance, and is to offer the large rare earth bond magnet of a mechanical strength.

[0011]

[Means for Solving the Problem] Such an object is attained by this invention of following the (1) - (21).

[0012] (1) The process which mixes or kneads rare earth magnet powder and joint resin, and manufactures the constituent for rare earth bond, The process which manufactures a magnet Plastic solid with the front face where blue heat forming is performed to said constituent for rare earth bond at the temperature from which said joint resin will be in softening or a melting condition, and surface roughness Ra becomes 10 micrometers or less, The manufacture approach of the rare earth bond magnet characterized by having the process which forms a direct metal deposit in said front face of said magnet Plastic solid.

[0013] (2) Said blue heat forming is the manufacture approach of a rare earth bond magnet given in the above (1) which is compression molding.

[0014] (3) Said joint resin is the manufacture approach of a rare earth bond magnet the above (1) which is thermoplastics, or given in (2).

[0015] (4) The void content of said magnet Plastic solid is the manufacture approach of a rare earth bond magnet the above (1) which is less than [5vol%] thru/or given in either of (3).

[0016] (5) Said metal deposit is the manufacture approach of a rare earth bond magnet the above (1) which is a nickel-plating layer thru/or given in either of (4).

[0017] (6) The thickness of said metal deposit is the manufacture approach of a rare

earth bond magnet the above (1) which is 3-70 micrometers thru/or given in either of (5).
[0018] (7) The above (1) which satisfies the relation of $1.2 \leq T/Ra \leq 100$ between surface roughness Ra [μm] of said front face when thickness of said metal deposit is set to T [μm] thru/or the manufacture approach of a rare earth bond magnet given in either of (6).

[0019] (8) The content of said joint resin in said constituent for rare earth bond magnets is the manufacture approach of a rare earth bond magnet the above (1) which is 1 - 10wt% thru/or given in either of (7).

[0020] (9) The mean diameter of said rare earth magnet powder is the manufacture approach of a rare earth bond magnet the above (1) which is 1-150 micrometers thru/or given in either of (8).

[0021] (10) Said rare earth magnet powder is the manufacture approach of a rare earth bond magnet the above (1) which is what consists of an alloy containing rare earth elements and transition metals thru/or given in either of (9).

[0022] (11) Said rare earth magnet powder is the manufacture approach of a rare earth bond magnet the above (1) which is what consists of complex tissues which have a soft magnetism phase and a hard magnetism phase thru/or given in either of (10).

[0023] (12) A rare earth bond magnet is the manufacture approach of a rare earth bond magnet the above (1) which is isotropy thru/or given in either of (11).

[0024] (13) A rare earth bond magnet is the manufacture approach of a rare earth bond magnet the above (1) which is an anisotropy thru/or given in either of (11).

[0025] (14) The rare earth bond magnet characterized by being manufactured by the manufacture approach of a rare earth bond magnet the above (1) thru/or given in either of (13).

[0026] (15) The rare earth bond magnet characterized by being the rare earth bond magnet with which the metal deposit was directly formed in the front face of the magnet Plastic solid which consists of rare earth magnet powder and joint resin, and for the void content of said magnet Plastic solid being less than [5vol%], and surface roughness Ra of said front face of said magnet Plastic solid being 10 micrometers or less.

[0027] (16) Said joint resin is a rare earth bond magnet given in the above (15) which is thermoplastics.

[0028] (17) Said metal deposit is a rare earth bond magnet the above (15) which is a nickel-plating layer, or given in (16).

[0029] (18) The content of said rare earth magnet powder in said magnet Plastic solid is a rare earth bond magnet the above (14) which is 90 - 99wt% thru/or given in either of (17).

[0030] (19) The above (14) whose disruptive strength measured by applying compressive stress is 21 or more MPas thru/or a rare earth bond magnet given in either of (18).

[0031] (20) The above (14) whose proper coercive force H_cJ in a room temperature is 320 - 1600 kA/m thru/or a rare earth bond magnet given in either of (19).

[0032] (21) The maximum magnetic energy product (BH) The above (14) whose max is three or more 50 kJ/m thru/or rare earth bond magnet given in either of (20).

[0033]

[Embodiment of the Invention] Hereafter, the manufacture approach of the rare earth bond magnet of this invention and a rare earth bond magnet are explained to a detail.

[0034] First, the manufacture approach of the rare earth bond magnet of this invention is explained. The manufacture approach of the rare earth bond magnet of this invention mainly has the following processes.

[0035] [manufacture of the constituent for rare earth bond magnets] -- the constituent for rare earth bond magnets (only henceforth a "constituent") is manufactured first. This constituent mainly consists of rare earth magnet powder and joint resin (binder). Moreover, in the constituent, additives, such as an antioxidant, may be contained if needed. Each of these constituents are mixed by mixers and agitators, such as a Henschel mixer and a V shaped rotary mixer.

[0036] Hereafter, each of these constituents are explained.

[0037] 1. What consists of an alloy containing rare earth elements and transition metals as rare earth magnet powder rare earth magnet powder (only henceforth "magnet powder") is desirable, and following [1] - [5] is desirable especially.

[0038] [1] What makes a fundamental component the rare earth elements which are mainly concerned with Sm, and the transition metals which are mainly concerned with Co (henceforth a Sm-Co system alloy).

[0039] [2] What makes a fundamental component the transition metals (TM) which are mainly concerned with R (however, at least one sort in the rare earth elements with which R contains Y), and Fe, and B (henceforth a R-TM-B system alloy).

[0040] [3] What makes a fundamental component the rare earth elements which are mainly concerned with Sm, the transition metals which are mainly concerned with Fe, and the element between grids which is mainly concerned with N (henceforth a Sm-Fe-N system alloy).

[0041] [4] What makes a fundamental component transition metals, such as R (at least one sort however, among the rare earth elements with which R contains Y), and Fe, and a soft magnetism phase and a hard magnetism phase adjoin each other, and has the complex tissue (there are some which are especially called a nano composite

organization) existing (it contains also when it adjoins through a grain boundary phase).

[0042] [5] The above [1] What mixed at least two sorts in the thing of a presentation of -

[4]. In this case, it can have the advantage of each magnet powder to mix

simultaneously, and more excellent magnetic properties can be acquired easily.

[0043] As a typical thing of a Sm-Co system alloy, SmCo₅ and Sm₂Tm₁₇ (however, Tm, transition metals) are mentioned.

[0044] As a typical thing of a R-Fe-B system alloy, a Nd-Fe-B system alloy, a Pr-Fe-B system alloy, a Nd-Pr-Fe-B system alloy, a Nd-Dy-Fe-B system alloy, a Ce-Nd-Fe-B system alloy, a Ce-Pr-Nd-Fe-B system alloy, the thing that permuted a part of Fe in these with other transition metals, such as Co and nickel, are mentioned.

[0045] The Sm-Zr-Fe-Co-N system alloy which makes the main phase Sm₂Fe₁₇N₃ which nitrated and produced Sm₂Fe₁₇ alloy as a typical thing of a Sm-Fe-N system alloy, and a TbCu₇ type phase is mentioned.

[0046] as said rare earth elements, Y, La, Ce, Pr, Nd, Pm, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, Er, Tm, Yb, Lu, and a misch metal mention -- having -- these -- one sort -- or two or more sorts can be included. moreover, Fe, Co, nickel, etc. mention as said transition metals -- having -- these -- one sort -- or two or more sorts can be included.

[0047] Moreover, in order to raise magnetic properties, such as coercive force and the maximum magnetic energy product, or in order to raise thermal resistance and corrosion resistance, in a magnet ingredient, aluminum, Cu, Ga, Si, Ti, V, Ta, Zr, Nb, Mo, Hf, Ag, Zn, P, germanium, Cr, W, etc. can also be contained if needed.

[0048] Said complex tissue (nano composite organization) exists by the pattern (model) as the software magnetism phase 10 and the hard magnetism phase 11 show to drawing 1 , drawing 2 , or drawing 3 , and the thickness and particle size of each phase exist on nano meter level. And the software magnetism phase 10 and the hard magnetism phase 11 adjoin each other (it contains, also when it adjoins through a grain boundary phase), and a magnetic exchange interaction is produced.

[0049] Since magnetization of a software magnetism phase changes the sense easily according to an operation of an external magnetic field, if intermingled in a hard magnetism phase, the magnetization curve of the whole system will turn into a "snake die-bending line" which has a stage by the second **** of B-H drawing (J-H drawing). However, when the size of a software magnetism phase is sufficiently as small as several 10nm or less, magnetization of the software magnetic substance is restrained sufficiently strongly by association with magnetization of the surrounding hard magnetic substance, and the whole system comes to act as the hard magnetic substance.

[0050] The magnet with such complex tissue (nano composite organization) mainly has

the next descriptions 1-5.

[0051] 1) By the second **** of B-H drawing (J-H drawing), magnetization carries out springback reversibly (it is also called a "spring magnet" in this semantics).

2) Magnetization nature is good and can magnetize in a comparatively low magnetic field.

3) Compared with the case where the temperature dependence of magnetic properties is hard magnetism phase independent, it is small.

4) Aging of magnetic properties is small.

5) Even if it pulverizes, magnetic properties do not deteriorate.

[0052] Thus, the magnet which consists of complex tissues has outstanding magnetic properties. Therefore, as for magnet powder, it is desirable that it is especially what has such complex tissue.

[0053] In addition, the pattern shown in drawing 1 - drawing 3 is an example, and is not restricted to these.

[0054] As for the mean particle diameter of magnet powder, it is desirable that it is 1-150 micrometers, and it is more desirable that it is 5-80 micrometers. It becomes remarkable deteriorating [of magnetic properties according that it is under a lower limit to oxidation] the mean particle diameter of magnet powder. Moreover, the problem on handling -- there is fear of ignition -- is also produced. On the other hand, if the mean particle diameter of magnet powder exceeds a upper limit, the fluidity of the constituent in the time of blue heat forming etc. may not fully be acquired at the time of kneading.

[0055] in addition, the particle size of magnet powder -- for example, F.S.S.S. (Fischer Sub-Sieve Sizer) -- it can measure by law.

[0056] Moreover, in order to obtain the better moldability at the time of shaping by a small amount of joint resin although you may distribute to some extent even when the particle size distribution of magnet powder is uniform, the particle size distribution of magnet powder has that desirable which is distributed to some extent (there is variation). Thereby, the void content of the obtained rare earth bond magnet can also be reduced more.

[0057] In addition, in the above [5], the mean particle diameter may differ for every presentation of the magnet powder to mix.

[0058] Especially the manufacture approach of magnet powder is not limited, for example, produces an alloy ingot by the dissolution and casting. By the quenching thin band manufacturing installation used for grinding this alloy ingot to a moderate grain size, and manufacturing a ***** (classifying further) thing and an amorphous alloy Any are sufficient as what manufactured the ribbon-like quenching flake (detailed

polycrystals gather), ground this flake (thin band) to a moderate grain size, and was obtained by the ***** (classifying further) thing and the atomizing method like gas atomization.

[0059] As for the content in the inside of the constituent of the above magnet powder, it is desirable that it is 90 - 99wt%, and it is more desirable that it is 93 - 98wt%.

Improvement in magnetic properties may be unable to be aimed at as the content of magnet powder is under a lower limit. On the other hand, if the content of magnet powder exceeds a upper limit, the content of joint resin may decrease relatively and a moldability may fall.

[0060] 2. Joint Resin (Binder)

As joint resin (binder), although thermoplastics and thermosetting resin are mentioned, it is desirable especially that it is thermoplastics.

[0061] As thermoplastics, for example A polyamide (example: nylon 6, Nylon 46, Nylon 66, Nylon 610, Nylon 612, Nylon 11, Nylon 12, Nylon 612, nylon 6 -66), Liquid crystal polymers, such as thermoplastic polyimide and aromatic polyester, polyphenylene oxide, Polyolefines, such as polyphenylene sulfide, polyethylene, polypropylene, and an ethylene-vinylacetate copolymer, Denaturation polyolefine, a polycarbonate, polymethylmethacrylate, Polyester, such as polyethylene terephthalate and polybutylene terephthalate, The copolymer which is mainly concerned with these, a blend object, a polymer alloy, etc. are mentioned, and a polyether, a polyether ether ketone, polyether imide, polyacetal, etc. can mix and use 1 of sorts of these, and two sorts or more.

[0062] Also among these, especially the moldability is excellent, and since the mechanical strength is high, that which is mainly concerned with a liquid crystal polymer and polyphenylene sulfide from the point of a polyamide and heat-resistant improvement is desirable. Moreover, these thermoplastics is excellent also in kneading nature with magnet powder.

[0063] Such thermoplastics has the advantage that selection wide range like what thought the moldability as important, and the thing which thought thermal resistance and a mechanical strength as important is attained by the class, copolymerization-ization, etc.

[0064] On the other hand, as thermosetting resin, various epoxy resins, such as a bisphenol mold, a novolak mold, and a naphthalene system, phenol resin, a urea resin, melamine resin, polyester (unsaturated polyester) resin, polyimide resin, silicone resin, polyurethane resin, etc. are mentioned, and 1 of sorts of these and two sorts or more can be mixed and used, for example.

[0065] From the point of especially the moldability being excellent also among these, and a mechanical strength being high and excelling in thermal resistance, an epoxy resin, phenol resin, polyimide resin, and silicone resin are desirable, and especially an epoxy resin is desirable. Moreover, these thermosetting resin is excellent also in kneading nature with magnet powder, and the homogeneity of kneading.

[0066] In addition, the thing of a solid [thing / liquefied] (powdered) is sufficient as the thermosetting resin (un-hardening) used at a room temperature.

[0067] Moreover, although especially the melting point of joint resin is not limited, it is desirable that it is 130-350 degrees C, and it is more desirable that it is 150-300 degrees C. The thermal resistance of the magnet Plastic solid later mentioned as the melting point of joint resin is under a lower limit may fall, and it may become difficult to secure sufficient temperature characteristic (magnetic or mechanical). On the other hand, if the melting point of joint resin exceeds a upper limit, the temperature of a constituent will rise at the time of blue heat forming etc., and it will become easy to produce oxidation of magnet powder etc.

[0068] As for the content in the inside of the constituent of the above joint resin, it is desirable that it is 1 - 10wt%, and it is more desirable that it is 1.5 - 5wt%. A moldability may fall that the content of joint resin is under a lower limit. On the other hand, if the content of joint resin exceeds a upper limit, the content of magnet powder decreases relatively and improvement in magnetic properties may be unable to be aimed at.

[0069] 3. In an antioxidant constituent, an antioxidant is contained if needed.

[0070] When an antioxidant contains in a constituent, the oxidation of magnet powder and the oxidation of joint resin in the time of manufacture of a constituent etc. are prevented.

[0071] At the time of kneading of a constituent, addition of this antioxidant contributes to improvement in the thermal stability in the time of shaping etc., and also when securing a good moldability in the small amount of joint resin, it plays an important role, while oxidation of magnet powder is prevented and it contributes to improvement in magnetic magnetic properties.

[0072] In the time of manufacture of a constituent, and shaping to a magnet etc., since this antioxidant volatilizes or deteriorates, after that part has remained, it exists in the manufactured rare earth bond magnet.

[0073] The chelating agent which what kind of thing is sufficient as as an antioxidant as long as it can prevent or control oxidation of magnet powder etc., for example, forms a chelate compound to metal ions, such as an amine system compound, an amino acid system compound, nitro carboxylic acids, a hydrazine compound, a cyanide compound,

and a sulfide, especially Fe component is mentioned.

[0074] When adding such an antioxidant, as for the content of the antioxidant in the inside of a constituent, it is desirable that it is 0.2 - 3wt%, and it is still more desirable that it is 0.5 - 2wt%.

[0075] 4. In other additives and a constituent, various additives, such as a plasticizer (for example, fatty acids, such as fatty-acid salts, such as zinc stearate, and oleic acid), lubricant (for example, various inorganic lubricant, such as silicone oil, various waxes, a fatty acid, an alumina, a silica, and a titania), and other shaping assistants, can be added if needed.

[0076] [kneading of the constituent for rare earth bond magnets] -- although blue heat forming mentioned later is presented with the above constituents for rare earth bond magnets as the mixture which mixed each constituent, or a kneading object which kneaded this mixture further, it is desirable to perform blue heat forming especially in this invention using this kneading object.

[0077] Mixing of each constituent is performed using mixers and agitators, such as a Henschel mixer and a V shaped rotary mixer, as mentioned above.

[0078] Moreover, kneading is performed using kneading machines, such as for example, a roll type kneading machine, a kneader, and a 2 shaft extrusion kneading machine, etc.

[0079] Although this kneading may be performed under ordinary temperature, it is desirable to be carried out at the temperature or the temperature beyond it to which the joint resin used starts softening. It is desirable to be especially, kneaded at the temperature of under the temperature to which it is the temperature beyond the temperature to which joint resin starts softening, and joint resin starts hardening, when joint resin is thermosetting resin.

[0080] Since it is kneaded after the viscosity of joint resin has fallen while becoming possible to knead to homogeneity more for a short time compared with the case where the effectiveness of kneading improves and it kneads in ordinary temperature by kneading at such temperature, it will be in the condition that joint resin covers the perimeter of magnet powder, and will contribute to reduction of the void content in the magnet manufactured from the inside of a constituent, and it.

[0081] the constituent (compound) obtained [granulation or particle size regulation] mixing or by kneading -- the need -- responding -- granulation -- or a particle size regulation is carried out and blue heat forming is presented as a granule. Thereby, while being able to perform more easily activity of shaping, especially restoration of the constituent to shaping metal mold, the variation in a dimension is controlled and dimensional stability improves.

[0082] Being made by grinding is desirable although especially the approach of granulation or a particle size regulation is not limited. This grinding is performed using a ball mill, a vibration mill, a crusher, a jet mill, a pin mill, etc.

[0083] Moreover, for example, it can also carry out using a granulating machine like an extrusion type granulating machine, and can also carry out further combining the granulation by the granulating machine, and said grinding.

[0084] Moreover, adjustment of the particle size of a granule can be performed by classifying using a sieve etc.

[0085] As a granule, it is desirable that the maximum droplet size is below the lower limit of the gap (space filled up with a granule) of shaping metal mold, and it is desirable that the maximum droplet size is 0.3mm or more, and it is more desirable that it is 0.5mm or more. If the maximum droplet size of a granule exceeds the lower limit of the gap of shaping metal mold, it will be hard coming to carry out restoration to the metal mold of a granule, and improvement in the dimensional accuracy of a rare earth bond magnet will serve as imperfection. On the other hand, when the maximum droplet size of a granule is too small, the inclination for the void content of the obtained rare earth bond magnet to rise is shown.

[0086] Moreover, since it is the same, as for the mean particle diameter of a granule, it is desirable that it is 0.01-0.5mm, and it is more desirable that it is 0.05-0.3mm.

[0087] Although such a granule has a certain amount of variation in particle size, it is desirable that particle size is as uniform as possible.

[0088] [shaping (blue heat forming) of a magnet Plastic solid] -- a magnet Plastic solid is manufactured by fabricating the compound obtained by doing in this way in a predetermined configuration. This shaping is performed at the temperature from which said joint resin will be in softening or a melting condition (blue heat forming).

[0089] In addition, although any of the approaches, such as compression molding mentioned above, injection molding, and extrusion molding, are sufficient as the approach of shaping, compression molding is desirable at the point of being easy to make the value of surface roughness Ra small. Hereafter, it represents and compression molding is explained.

[0090] **** compression molding is filled up with a compound in the shaping metal mold of a compacting machine, and is performed by pressurizing a compound all over a magnetic field or a non-magnetic field. The magnet Plastic solid acquired by being fabricated all over a magnetic field is used for manufacture of the rare earth bond magnet of an anisotropy, and the magnet Plastic solid acquired by being fabricated all over a non-magnetic field is used for manufacture of an isotropic rare earth bond

magnet.

[0091] Compression molding between this ** is performed by heating shaping metal mold etc. in the condition of having considered as the predetermined temperature to which the joint resin used fuses the temperature of the compound at the time of shaping.

[0092] Although it should just be the temperature more than the softening temperature of the joint resin used, when the melting point of joint resin is made into t degrees C, as for the die temperature at this time, it is desirable that it is $t - (t+80)$ ** extent. However, joint resin is thermosetting resin, and when the temperature which starts hardening of the joint resin of a parenthesis is lower than $(t+80)$, it is desirable [the upper limit of the die temperature at the time of compression molding between **] that it is the temperature of under the temperature that starts hardening of joint resin.

[0093] By performing compression molding between ** at such temperature, the fluidity of the compound at the time of shaping can improve, and the small magnet Plastic solid of surface roughness R_a can be manufactured with a low void content.

[0094] In addition, when mixing and using n kinds of resin, melting point [of the joint resin mentioned above] t (degree C) can be converted as follows, for example.

[0095] the amount of each resin when making into 1 weight section the sum total of the resin used as joint resin -- respectively -- A_1 , A_2 , and ... A_n weight section and the melting point of each resin -- respectively -- t_1 , t_2 , and ... the melting point of the joint resin used when referred to as t_n (degree C) -- $A_1t_1 + A_2t_2 + \dots$ it is expressed with A_nt_n (degree C).

[0096] Although the compacting pressure at the time of **** compression molding changes a little with die temperatures at the time of shaping etc., it is desirable that it is 100-980MPa, and it is more desirable that it is 200-700MPa.

[0097] Thus, as for the void content of the acquired magnet Plastic solid, it is desirable that it is less than [5vol%], and it is more desirable that it is less than [3vol%]. If the void content of a rare earth bond magnet exceeds a upper limit, satisfactory magnetic properties may not be acquired depending on an application.

[0098] Moreover, it is 10 micrometers or less, as for surface roughness R_a of the front face of a magnet Plastic solid, it is desirable that it is 5 micrometers or less, and it is more desirable especially that it is 0.05-2 micrometers or less.

[0099] By limiting surface roughness R_a to such range, it becomes possible to form in homogeneity and homogeneity the metal deposit mentioned later. Moreover, since formation of the pinhole in a deposit is also prevented, it becomes possible to improve the corrosion resistance of the rare earth bond magnet obtained, and a mechanical strength. Moreover, since it is prevented that plating liquid remains in the hole section

etc. at the time of formation of the metal deposit by wet plating, residual plating liquid can prevent the corrosion of the magnet generated owing to etc.

[0100] In addition, surface roughness Ra of a magnet Plastic solid should just be the range mentioned above in the part in which a metal deposit is formed at least.

[0101] To the magnet Plastic solid acquired by various approaches, such as compression molding, injection molding, and extrusion molding, after treatment, such as processing of cutting, a cut, grinding, polish, etc., surface defecation, and a chemical treatment, may be performed if needed. Such processing may be performed for the purpose of adjustment of said surface roughness.

[0102] [formation of a metal deposit] -- a metal deposit is formed to said front face (surface roughness Ra is a front face 10 micrometers or less) of the magnet Plastic solid acquired by doing in this way.

[0103] Formation of this metal deposit is directly performed to the front face of a magnet Plastic solid, without performing sealing by resin.

[0104] For this reason, a rare earth bond magnet can be manufactured without needing the process of sealing, and it contributes to improvement in productivity. Moreover, as mentioned above, since the surface roughness Ra is smooth enough with 10 micrometers or less, even if the front face of a magnet Plastic solid forms a direct metal deposit in the front face of a magnet Plastic solid, the thickness and the quality of a metal deposit which can be set at least to each part become homogeneity. Thereby, the corrosion resistance of the rare earth bond magnet obtained and a mechanical strength can be made high. Moreover, surface roughness Ra of a magnet Plastic solid is small, and there are few holes which exist in a front face. For this reason, it is hard to generate the problems that the survival to the hole section of plating liquid etc. becomes a cause, such as magnetic corrosion.

[0105] Although nickel, Cu, Cr, Zn, Sn, Ag, Au, Pt, or the alloy containing these is mentioned as a metal which constitutes this metal deposit, for example, it is desirable that it is the metal which contains nickel or nickel also in it. By a metal deposit consisting of such metals, the high reinforcement as a magnet is obtained with good corrosion resistance.

[0106] As the formation approach of a metal deposit, dry type plating of vacuum evaporation, sputtering, CVD, PVD, etc., etc. is mentioned, for example. [wet plating of electrolytic plating, electroless deposition, immersion plating etc.,] Also in it, it is desirable that it is wet plating, and it is more desirable that it is electrolytic plating. By forming a metal deposit by such approach, the good deposit of adhesion can be formed at low process cost.

[0107] Although especially the thickness of a metal deposit is not limited, it is desirable that it is 3-70 micrometers, and it is more desirable that it is 5-50 micrometers. The rare earth bond magnet obtained as the thickness of a metal deposit is under a lower limit may not have sufficient corrosion resistance and a mechanical strength. On the other hand, if the thickness of a metal deposit exceeds an upper limit, the productivity of a rare earth bond magnet will fall.

[0108] Moreover, when thickness of a metal deposit is set to T [μm], it is desirable to satisfy the following type (I) between surface roughness R_a [μm] of the magnet Plastic solid mentioned above.

[0109] $1.2 \leq T/R_a \leq 100$... (I)

Moreover, it is more desirable to satisfy a formula (II) instead of a formula (I).

[0110] $3 \leq T/R_a \leq 50$... (II)

The rare earth bond magnet obtained as the value of T/R_a is under a lower limit in said formula may not have sufficient corrosion resistance and a mechanical strength. On the other hand, if the value of T/R_a exceeds the upper limit in said formula, the productivity of a rare earth bond magnet may fall.

[0111] In addition, surface defecation, surface treatment, other various chemical treatments, etc. may be performed as pretreatment of formation of a metal deposit to the magnet Plastic solid acquired at said process if needed.

[0112] As for the rare earth bond magnet of this invention, it is desirable that the disruptive strength measured by applying compressive stress is 21 or more MPas, and it is more desirable that they are 25 or more MPas.

[0113] As for the rare earth bond magnet of this invention, it is desirable that coercive force (proper coercive force in a room temperature) H_{cJ} is 320 - 1600 kA/m extent, and it is more desirable that it is 400 - 1200 kA/m extent. Demagnetization when a reverse magnetic field requires coercive force depending on an application under by said lower limit becomes remarkable, and hot thermal resistance is inferior. Moreover, if coercive force exceeds said upper limit, magnetization nature will fall. Therefore, even when carrying out multi-electrode magnetization etc. to a rare earth bond magnet (especially cylindrical magnet) by making coercive force H_{cJ} into the above-mentioned range and sufficient magnetization magnetic field is not obtained, good magnetization is attained, sufficient flux density is obtained, and a highly efficient rare earth bond magnet can be offered.

[0114] As for the rare earth bond magnet of this invention, it is desirable that maximum magnetic energy (product BH) max is three or more 50 kJ/m, and it is more desirable that they are three or more 80 kJ/m. The maximum magnetic energy product (BH)

When it uses that max is less than three 50 kJ/m for motors, sufficient torque is not acquired depending on the class and structure.

[0115] the configuration of the rare earth bond magnet of this invention, especially a dimension, etc. are limited -- not having -- for example, a configuration -- being related -- cylindrical and a prismatic form -- the thing of all configurations, such as cylindrical (the shape of a ring), circular, plate-like, and bow tabular, is possible, and the thing of all magnitude is possible also for the magnitude from a large-sized thing to a micro thing.

[0116]

[Example] Next, the concrete example of this invention is explained.

[0117] (Example 1) The alloy presentation was expressed with $8.6(\text{Nd}0.7\text{Pr}0.25\text{Dy}0.05)\text{Fe}1\text{Co}7.0\text{B}5.3\text{aluminum}0.5$, and the isotropic rare earth magnet powder which is the complex tissue (nano composite organization) where the configuration organization consists of an $\text{R}_2(\text{Fe-Co})_{14}\text{B}$ type phase (hard magnetism phase) and an $\alpha\text{-(Fe, Co)}$ type phase (soft magnetism phase) was prepared. The mean particle diameter of this rare earth magnet powder was 40 micrometers.

[0118] after mixing this rare earth magnet powder, the polyamide resin (Nylon 12) whose melting point is 178 degrees C, and a hydrazine system anti-oxidant -- further -- these -- 225degree-Cx -- for 15 minutes, it kneaded and the constituent for rare earth bond magnets (compound) was produced. At this time, the rate of a compounding ratio (weight ratio) of rare earth magnet powder, polyamide resin (Nylon 12), and a hydrazine system antioxidant was made into 1.4wt% 1.6wt% 97wt(s)%, respectively.

[0119] Subsequently, this compound was ground, and it considered as the granule with a mean particle diameter of 0.3mm, it was filled up with this granule in the metal mold of a compacting machine, and pressed between ** all over the non-magnetic field, and the magnet Plastic solid of the shape of a cylinder with a diameter [of 10mm] x height of 7mm was acquired. At this time, 30 magnet Plastic solids were manufactured, respectively on seven conditions of having changed the die temperature at the time of shaping in 130-240 degrees C (sample No.1-No.7). Each compacting pressure was 400MPa(s).

[0120] After defecating the front face of the acquired magnet Plastic solid in pure water, a consistency and surface surface roughness Ra were measured about the magnet Plastic solid acquired on each condition. In ten points on the ends side of a magnet Plastic solid, and a peripheral surface, surface roughness Ra was measured with optical means, and calculated the average. Moreover, the void content of a magnet Plastic solid was computed from the compounding ratio of rare earth magnet powder etc., and the

consistency of a magnet Plastic solid. About the magnet Plastic solid of a monograph affair, the die temperature at the time of shaping, a consistency, surface surface roughness Ra, and the average of a void content are shown in a table 1.

[0121] Next, the metal deposit was formed in the front face of each magnet Plastic solid, and it considered as the isotropic rare earth bond magnet. Barrel plating performed electroplating, using nickel as a metal for plating. Thickness T of a nickel-plating layer was measured by the fluorescence-X-rays mold thickness gage in ten points on the ends side of the obtained rare earth bond magnet, and a peripheral surface. These averages are shown in a table 1. It combines and the value of T/Ra is also shown in a table 1.

[0122]

[A table 1]

(実施例 1)

サンプルN o.	成形温度 (℃)	密度 (M g / m ³)	平均粗さ R a (μ m)	空孔率 (v o l %)	金属メッキ層厚さ T (μ m)	T / R a
1 (比較例)	130	5.62	15.1	12.08	14.0	0.93
2 (比較例)	140	5.79	11.2	9.37	20.1	1.79
3 (本発明)	173	6.08	4.3	4.80	14.0	3.26
4 (本発明)	180	6.30	1.5	1.24	20.8	13.87
5 (本発明)	200	6.33	0.9	0.77	13.8	15.33
6 (本発明)	220	6.33	0.9	0.77	19.5	21.67
7 (本発明)	240	6.34	0.8	0.61	21.6	27.00

[0123] About these rare earth bond magnets, after giving pulse magnetization of magnetic-field-intensity 3.2 MA/m, magnetic properties (flux density Br, coercive force HcJ, and maximum magnetic energy (product BH) max) were measured by maximum impression magnetic field 2.0 MA/m with the account fluxmeter of ***** (the Toei Industry make, TRF-5BH). The temperature at the time of measurement was 23 degrees C (room temperature).

[0124] About each rare earth bond magnet, flux density Br, coercive force HcJ, and the value of maximum magnetic energy (product BH) max are shown in a table 2.

[0125] Moreover, the corrosion resistance test was performed about each rare earth bond magnet (20 pieces each). This corrosion resistance test inspected the existence of rusting, after putting each rare earth bond magnet into the ambient atmosphere of 80 degree-Cx90%RH for 1000 hours. About the rare earth bond magnet of a monograph affair, the number in which rusting was accepted is shown in a table 2.

[0126] Furthermore, disruptive strength was measured about each rare earth bond magnet (ten pieces each). By the load cell, disruptive strength was measured by applying compressive stress, and calculated the average. The result is shown in a table

2.

[0127]

[A table 2]

(実施例 1)

サンプルNo.	B _r (T)	H _{cJ} (kA/m)	(BH) _{max} (kJ/m ³)	発錆個数	破壊強度 (MPa)
1 (比較例)	0.77	548	84.5	10	20.2
2 (比較例)	0.79	553	88.8	8	20.8
3 (本発明)	0.83	572	98.9	0	25.1
4 (本発明)	0.86	569	107.2	0	31.0
5 (本発明)	0.87	565	108.7	0	35.0
6 (本発明)	0.87	560	108.1	0	35.1
7 (本発明)	0.86	551	106.3	0	36.0

[0128] So that clearly from a table 2 the rare earth bond magnet of sample No.3-No.7 (this invention) All have outstanding magnetic properties (a residual magnetic flux density Br, maximum magnetic energy (product BH) max, and coercive force HcJ). To rusting not having been accepted in the corrosion resistance test, the rare earth bond magnet of sample No.1 and No.2 (example of a comparison) is inferior in magnetic properties, and rusting was accepted in ten pieces and eight rare earth bond magnets also in the corrosion resistance test, respectively.

[0129] Moreover, also in the trial of disruptive strength, it was checked that the rare earth bond magnet (sample No.3-No.7) of this invention has a mechanical strength superior to the rare earth bond magnet (sample No.1, No.2) of the example of a comparison.

[0130] (Example 2) The alloy presentation prepared the rare earth magnet powder of the anisotropy expressed with Nd12.6Fe80.5B6.5Ga0.3Zr0.1. The mean particle diameter of this rare earth magnet powder was 50 micrometers.

[0131] after mixing this rare earth magnet powder, the polyamide resin (Nylon 12) whose melting point is 178 degrees C, and a hydrazine system anti-oxidant -- further -- these -- 225degree-Cx -- for 15 minutes, it kneaded and the constituent for rare earth bond magnets (compound) was produced. At this time, the rate of a compounding ratio (weight ratio) of rare earth magnet powder, polyamide resin (Nylon 12), and a hydrazine system antioxidant was made into 1.4wt% 1.6wt% 97wt(s)%, respectively.

[0132] Subsequently, this compound was ground, and it considered as the granule with a mean particle diameter of 0.25mm, it was filled up with this granular object in the metal mold of a compacting machine, and pressed between ** all over the magnetic field of magnetic-field-intensity 1.2 MA/m, and the magnet Plastic solid of the shape of a

cylinder with a diameter [of 10mm] x height of 7mm was acquired. At this time, 30 magnet Plastic solids were manufactured, respectively on seven conditions of having changed the die temperature at the time of shaping in 130-240 degrees C (sample No.8-No.14). Each compacting pressure was 350MPa(s).

[0133] After defecating the front face of the acquired magnet Plastic solid in pure water, a consistency and surface surface roughness Ra were measured about the magnet Plastic solid acquired on each condition. In ten points on the ends side of a magnet Plastic solid, and a peripheral surface, surface roughness Ra was measured with optical means, and calculated the average. Moreover, the void content of a magnet Plastic solid was computed from the compounding ratio of rare earth magnet powder etc., and the consistency of a magnet Plastic solid. About the magnet Plastic solid of a monograph affair, the die temperature at the time of shaping, a consistency, surface surface roughness Ra, and the average of a void content are shown in a table 3.

[0134] Next, the metal deposit was formed in the front face of each magnet Plastic solid, and it considered as the rare earth bond magnet of an anisotropy. Barrel plating performed electroplating, using nickel as a metal for plating. Thickness T of a nickel-plating layer was measured by the fluorescence-X-rays mold thickness gage in ten points on the ends side of the obtained rare earth bond magnet, and a peripheral surface. These averages are shown in a table 3. It combines and the value of T/Ra is also shown in a table 3.

[0135]

[A table 3]

(実施例 2)

サンプルNo.	成形温度 (℃)	密度 (Mg/m ³)	平均粗さRa (μm)	空孔率 (vol %)	金属メッキ層厚さT (μm)	T/Ra
8 (比較例)	130	5.65	14.3	11.60	16.4	1.15
9 (比較例)	140	5.76	10.8	9.85	20.2	1.87
10 (本発明)	173	6.10	4.5	4.43	15.3	3.40
11 (本発明)	180	6.25	1.6	2.04	19.8	12.38
12 (本発明)	200	6.28	0.9	1.56	21.6	24.00
13 (本発明)	220	6.28	0.9	1.56	16.2	18.00
14 (本発明)	240	6.29	0.8	1.40	20.4	25.50

[0136] About these rare earth bond magnets, after giving pulse magnetization of magnetic-field-intensity 3.2 MA/m, magnetic properties (flux density Br, coercive force HcJ, and maximum magnetic energy (product BH) max) were measured by maximum impression magnetic field 2.0 MA/m with the account fluxmeter of ***** (the Toei Industry make, TRF-5BH). The temperature at the time of measurement was 23

degrees C (room temperature).

[0137] About each rare earth bond magnet, flux density B_r , coercive force H_{cJ} , and the value of maximum magnetic energy (product BH) max are shown in a table 4.

[0138] Moreover, the corrosion resistance test was performed about each rare earth bond magnet (20 pieces each). This corrosion resistance test inspected the existence of rusting, after putting each rare earth bond magnet into the ambient atmosphere of 80 degrees C and 90%RH for 1000 hours. About the rare earth bond magnet of a monograph affair, the number in which rusting was accepted is shown in a table 4.

[0139] Furthermore, disruptive strength was measured about each rare earth bond magnet (ten pieces each). By the load cell, disruptive strength was measured by applying compressive stress, and calculated the average. The result is shown in a table 4.

[0140]

[A table 4]

(実施例 2)

サンプルNo.	B_r (T)	H_{cJ} (kA/m)	$(BH)_{max}$ (kJ/m ³)	発錆個数	破壊強度 (MPa)
8 (比較例)	0.85	1098	121.5	11	19.8
9 (比較例)	0.87	1101	127.1	7	20.6
10 (本発明)	0.92	1131	142.6	0	25.3
11 (本発明)	0.94	1125	149.3	0	31.2
12 (本発明)	0.95	1120	152.5	0	35.3
13 (本発明)	0.95	1115	152.0	0	35.4
14 (本発明)	0.94	1109	148.9	0	36.1

[0141] So that clearly from a table 4 the rare earth bond magnet of sample No.10-No.14 (this invention) All have outstanding magnetic properties (a residual magnetic flux density B_r , maximum magnetic energy (product BH) max, and coercive force H_{cJ}). To rusting not having been accepted in the corrosion resistance test, the rare earth bond magnet of sample No.8 and No.9 (example of a comparison) is inferior in magnetic properties, and rusting was accepted in 11 pieces and seven rare earth bond magnets also in the corrosion resistance test, respectively.

[0142] Moreover, also in the trial of disruptive strength, it was checked that the rare earth bond magnet (sample No.10-No.14) of this invention has a mechanical strength superior to the rare earth bond magnet (sample No.8, No.9) of the example of a comparison.

[0143]

[Effect of the Invention] According to this invention, the following effectiveness is acquired as stated above.

[0144] - Metal deposits are homogeneity and homogeneity, therefore excel in corrosion resistance, and a mechanical strength is large.

[0145] - Since a direct metal deposit is formed without performing sealing like before on the front face of a magnet Plastic solid, in manufacture of a rare earth bond magnet, buildup of a routing counter is suppressed and contribute to improvement in productivity.

[0146] - Since surface roughness Ra of a magnet Plastic solid is small, the corrosion of the magnet produced when plating liquid remains at the time of formation of the metal deposit by wet plating etc. can be prevented.

[0147] - A void content can be made low and, therefore, outstanding magnetic properties are acquired.

[Brief Description of the Drawings]

[Drawing 1] It is drawing showing typically an example of complex tissue (nano composite organization) in the rare earth magnet powder of this invention.

[Drawing 2] It is drawing showing typically an example of complex tissue (nano composite organization) in the rare earth magnet powder of this invention.

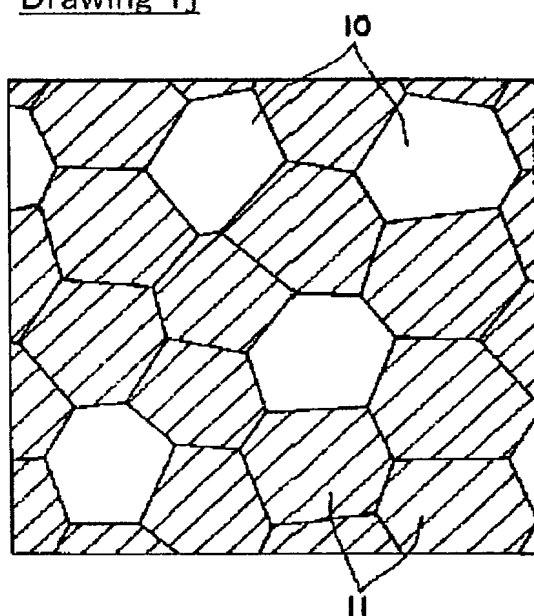
[Drawing 3] It is drawing showing typically an example of complex tissue (nano composite organization) in the rare earth magnet powder of this invention.

[Description of Notations]

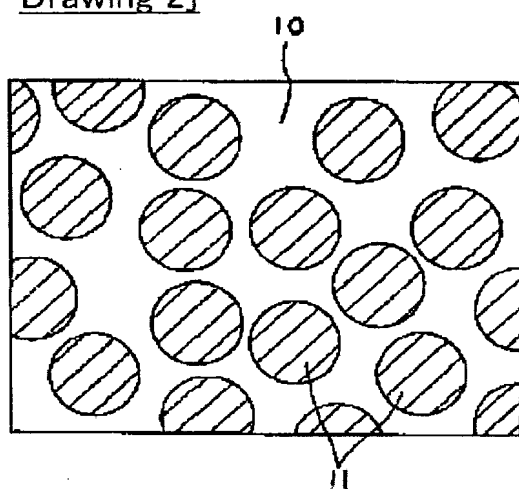
10 Software Magnetism Phase

11 Hard Magnetism Phase

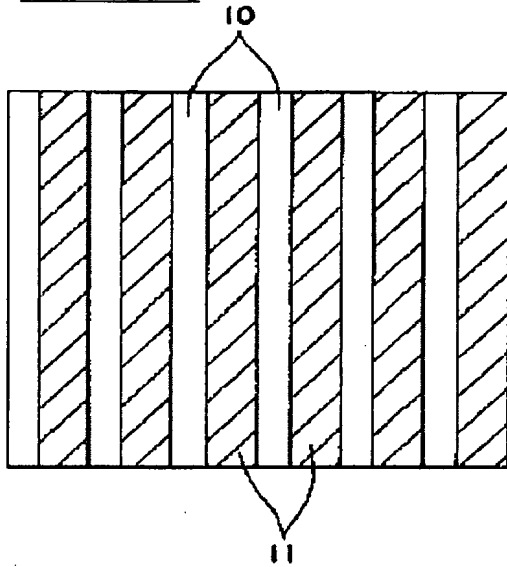
Drawing 1]



Drawing 2]



Drawing 3]



THIS PAGE BLANK (USPTO)